# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2003-197613

(43) Date of publication of application: 11.07.2003

(51)Int.CI.

H01L 21/31 C23C 16/448

(21)Application number: 2001-397066

(71)Applicant: HITACHI KOKUSAI ELECTRIC INC

(22)Date of filing:

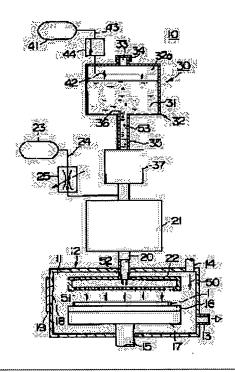
27.12.2001

(72)Inventor: ASAI MASAYUKI

#### (54) SUBSTRATE TREATMENT APPARATUS

#### (57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To prevent a supply amount of a liquid raw material from fluctuating due to a mixture of gas. SOLUTION: An MOCVD apparatus 10 comprises a tank 32 for storing the liquid raw material 31, a vaporizer 21 for vaporizing the raw material, a liquid raw material supply duct 35 for supplying the material from the tank 32 to the vaporizer 21, and a gas supply duct 20 for supplying raw material gas 51 vaporized from the material from the vaporizer 21 to a treating chamber 11 for forming a wafer 11. In the apparatus 10, the tank 32 is disposed at a higher position than the vaporizer 21, and the duct 35 is so constituted as a liquid raw material inlet 36 disposed at a highest position. Since bubbles generated in the liquid raw material supply duct is discharged from the inlet at the top of the supply duct into the tank, it can prevent the supply amount of the material from fluctuating due to the mixture of the bubbles, and the reproducibility of the film thickness of the MOCVD apparatus is improved.



#### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2003-197613

(P2003-197613A)

(43)公開日 平成15年7月11日(2003.7.11)

(51) Int.Cl.'

設別記号

FΙ

テーマコード(参考)

H01L 21/31

C23C 16/448

H01L 21/31

B 4K030

- E E O 4

C 2 3 C 16/448

5 F 0 4 5

審査請求 未請求 請求項の数2

OL (全 7 頁)

(21)出願番号

特願2001-397066(P2001-397066)

(22)出顧日

平成13年12月27日(2001.12.27)

(71)出顧人 000001122

株式会社日立国際電気

東京都中野区東中野三丁目14番20号

(72)発明者 浅井 優幸

東京都中野区東中野三丁目14番20号 株式

会社日立国際電気内

(74)代理人 100085637

弁理士 梶原 辰也

最終頁に続く

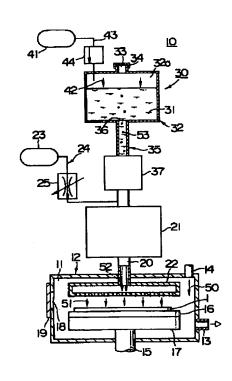
#### (54)【発明の名称】 基板処理装置

#### (57)【要約】

[課題] ガスの混入による液体原料の供給量の変動を 防止する。

【解決手段】 液体原料31を貯溜するタンク32と、液体原料を気化させる気化器21と、液体原料をタンク32から気化器21へ供給する液体原料供給配管35と、液体原料を気化させてなる原料ガス51を気化器21からウエハ1に成膜する処理室11へ供給するガス供給配管20を有するMOCVD装置10において、タンク32が気化器21よりも高い位置に配置されており、液体原料供給配管35は液体原料取入口36が最も高い位置になるように構成されている。

【効果】 液体原料供給配管中で発生した気泡は液体原料供給配管の頂上の取入口からタンク内へ放出されるため、気泡の混入による液体原料の供給量の変動の発生を防止でき、MOCVD装置の膜厚の再現性を向上できる。



#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 液体原料を貯溜するタンクと、前記液体原料を気化する気化器と、前記液体原料を前記タンクから前記気化器へ供給する液体原料供給配管と、前記液体原料を気化したガスを前記気化器から基板を処理する処理室へ供給するガス供給配管とを備えている基板処理装置であって、前記タンクが前記気化器よりも高い位置に配置されており、前記液体原料供給配管は前記液体原料の取入口が最も高い位置になるように構成されているととを特徴とする基板処理装置。

【請求項2】 液体原料を貯溜するタンクと、前記液体原料を気化する気化器と、前記液体原料を前記タンクから前記気化器へ供給する液体原料供給配管と、前記液体原料を気化したガスを前記気化器から基板を処理する処理室へ供給するガス供給配管とを備えている基板処理装置であって、前記液体原料供給配管には前記液体原料中に発生したガスを貯留するバッファ部が設けられているとを特徴とする基板処理装置。

#### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、基板処理装置、特に、液体原料が使用される基板処理装置に関し、例えば、MOCVD(Metal Organic Chemical Vapor Deposition)装置に利用して有効な技術に関する。

#### [0002]

【従来の技術】DRAM(Dynamic Random Access Memorry)のキャパシタ(Capacitor)の静電容量部(絶縁膜)の材料としての高誘電体薄膜を形成するのに、Ta,O,(五酸化タンタル)が使用されて来ている。Ta,O,は高い誘電率を持つため、微細面積で大きな静電容量を得るのに適している。そして、生産性や膜質等の観点からDRAMの製造方法においては、Ta,O,はMOCVD装置によって成膜することが要望されている。

【0003】Ta、O、の成膜に使用されるMOCVD 装置は、半導体集積回路の一例であるDRAMが作り込まれる半導体ウエハ(以下、ウエハという。)を処理する処理室と、この処理室に一端が接続された原料ガス供給配管と、この原料ガス供給配管の他端に接続されて液体原料を気化させる気化器と、この気化器に液体原料を供給する液体原料供給装置とを備えており、液体原料供給装置から気化器に液体原料を供給し、この液体原料を気化器において気化させ、気化させた原料ガスを処理室に供給することにより処理室内のウエハにTa、O、膜を形成するように構成されている。

#### [0004]

【発明が解決しようとする課題】しかし、液体原料を使用するMOCVD装置には、気体原料を用いるCVD装置に比べて膜厚の再現性を確保し難いという問題点がある。その要因の一つは、供給量の制御が気体よりも液体 50

の方が困難であるためと言われている。供給量の制御が 困難である原因としては、液体原料中に溶け込んでいる と推測される不活性ガス(窒素ガスやヘリウムガス等) の量を一定に制御することができないためと、考えられ る。すなわち、液体原料が処理室(気化器)に近づくに 従って圧力が低くなり、溶け込んでいる不活性ガスが気 泡となって液体原料の内部に出て来るため、そのガスの 発生量によって液体原料の供給量が変動してしまうから である。

10 【0005】本発明の目的は、ガスの混入による液体原 料の供給量の変動を防止することができる基板処理装置 を提供することにある。

[0006]

【課題を解決するための手段】課題を解決するための第一の手段は、液体原料を貯溜するタンクと、前記液体原料を気化する気化器と、前記液体原料を前記タンクから前記気化器へ供給する液体原料供給配管と、前記液体原料を気化したガスを前記気化器から基板を処理する処理室へ供給するガス供給配管とを備えている基板処理装置であって、前記タンクが前記気化器よりも高い位置に配置されており、前記液体原料供給配管は前記液体原料の取入口が最も高い位置になるように構成されていることを特徴とする。

【0007】との第一の手段によれば、液体原料の取入口が最も高い位置に設定されているため、液体原料供給配管中において発生したガスは液体と気体との比重の関係によって液体原料供給配管に充満した液体原料中を通じて、取入口からタンクの内部へ放出されることになる。したがって、液体原料中のガスを常に排出させることができるため、ガスの混入による液体原料の供給量の変動の発生を防止することができる。

【0008】課題を解決するための第二の手段は、液体原料を貯溜するタンクと、前記液体原料を気化する気化器と、前記液体原料を前記タンクから前記気化器へ供給する液体原料供給配管と、前記液体原料を気化したガスを前記気化器から基板を処理する処理室へ供給するガス供給配管とを備えている基板処理装置であって、前記液体原料供給配管には前記液体原料で発生したガスを貯留するバッファ部が設けられていることを特徴とする。

[0009] この第二の手段によれば、液体原料供給配管中において発生したガスは液体と気体との比重の関係によって液体原料供給配管に充満した液体原料中を通じて、バッファ部の内部へ放出されることになる。したがって、液体原料中のガスを常に排出させることができるため、ガスの混入による液体原料の供給量の変動の発生を防止することができる。

[0010]

[発明の実施の形態]以下、本発明の一実施の形態を図面に即して説明する。

50 【0011】本実施の形態において、図1に示されてい

(2)

るように、本発明に係る基板処理装置はMOCVD装置 として構成されており、このMOCVD装置はDRAM の製造方法におけるキャパシタの静電容量部のTa、O 、膜を成膜する工程(以下、キャパシタ形成工程とい う。)に使用される。

【0012】図1に示されているMOCVD装置10は 処理室11を形成した筐体12を備えており、筐体12 は枚葉式コールドウオール形滅圧CVD装置として構成 されている。筐体12の下部には処理室11を排気する ための排気管13が接続されており、筐体12の上部に 10 は処理室11に酸素(O,)ガスを供給するための酸素 ガス供給管14が接続されている。筐体12の底壁には 支持軸15が回転自在かつ昇降自在に挿通されており、 支持軸15は図示しない駆動装置によって回転かつ昇降 駆動されるように構成されている。支持軸15の処理室 11における上面には被処理基板であるウエハ1を保持 するためのサセプタ16が配置されている。支持軸15 の上端部の内部にはヒータ17がサセプタ16に保持さ れたウエハ1を均一に加熱するように装備されている。 **筐体12の側壁の一部にはウエハ1を出し入れするため 20** のウエハ搬入搬出口18が開設されており、ウエハ搬入 搬出口18はゲート19によって開閉されるようになっ ている。

【0013】筐体12の天井壁には原料ガスを処理室1 1へ供給するための原料ガス供給配管20の一端部が挿 入されており、原料ガス供給配管20の他端には液体原 料を気化させる気化器21が接続されている。原料ガス 供給配管20の挿入端部には原料ガスをシャワー状に吹 き出す吹出ヘッド22が設置されている。気化器21と 後述する液体流量制御装置37との間には一端がキャリ アガスを供給するキャリアガス供給源23に接続された キャリアガス供給配管24の他端が接続されており、キ ャリアガス供給配管24の途中には可変流量制御弁25 が介設されている。気化器21には液体原料供給装置3 0が接続されている。なお、図1では便宜上、液体流量 制御装置37と気化器21とは、配管により所定距離を 隔てて配置されているが、実際には、液体流量制御装置 37と気化器21とはきわめて接近して配置されてい る。

【0014】液体原料供給装置30は液体原料31を貯 溜するタンク32を備えており、タンク32は気化器2 1よりも重力的に高い位置に配置されている。タンク3 2の天井壁の中央部にはキャップ34によって閉塞され た注入口33が開設されている。タンク32の底壁の中 央部には液体原料31を気化器21に供給する液体原料 供給配管35の一端部が接続されており、液体原料供給 配管35はその液体原料の取入口36であるタンク32 との接続口が液体原料供給配管35のうち最も高い位置 (頂上)すなわち重力に逆らう供給経路を持たないよう に構成されている。液体原料供給配管35の他端部は気 50 低くなると、液中に溶け込んでいられなくなるため、図

化器21に接続されており、液体原料供給配管35の途 中には液体流量制御弁や液体流量計および開閉弁等によ って構成された液体流量制御装置37が介設されてい

【0015】タンク32の天井壁には液体原料を送り出 すための送出ガス42を供給する送出ガス供給配管43 の一端が接続されており、送出ガス供給配管43の他端 は窒素ガス等の不活性ガスを送出ガス42として供給す る送出ガス供給源41に接続されている。送出ガス供給 配管43のタンク32への挿入端部はタンク32内にお ける液体原料31の上方空間32aにおいて開口されて いる。送出ガス供給配管43には止め弁44が介設され

【0016】次に、以上の構成に係るMOCVD装置1 0が使用される DRAMの製造方法におけるキャパシタ 形成工程を説明する。

【0017】本実施の形態において、キャパシタの静電 容量部はTa、O、膜によって形成される。したがっ て、MOCVD装置10の処理室11に搬入されるウエ ハ1には、キャパシタの静電容量部を形成する前の所定 のパターンが形成されている。そして、液体原料供給装 置30のタンク32にはTa(OC, H,),(ペンタ ・エトキシ・タンタル。以下、PETaという。)が液 体原料31として貯溜されている。

【0018】所定のパターンが形成されたウエハ1は図 示しないハンドリング装置によって保持されて、ゲート 19が開放されたウエハ搬入搬出口18から処理室11 に搬入されるとともに、サセプタ16の上に受け渡され る。サセプタ16に受け渡されたウエハ1はヒータ17 によって所定の温度(430~480℃)に加熱され、 支持軸15によって上昇されて回転される。処理室11 は排気管13に接続された真空ボンブ(図示せず)によ って、所定の圧力(20~40Pa)に排気される。処 理室11が所定の圧力に安定すると、図1に二点鎖線矢 印で示されているように、酸素ガス供給管14から酸素 ガス50が供給される。

[0019]液体原料供給装置30の送出ガス供給配管 43の止め弁44が開かれて、送出ガス供給源41から 送出ガス42がタンク32の上方空間32aに供給され ると、送出ガス42がタンク32に貯溜された液体原料 31の液面を押し下げるため、液体原料31が液体原料 供給配管35に送り出される。そして、液体原料供給配 管35の液体流量制御装置37の制御により、液体原料 31としてのPETaが液体原料供給配管35を通じて 気化器21に供給される。

【0020】ところで、液体原料31であるPETaの 液中には不純物として窒素ガスやヘリウムガス等が溶け 込んでおり、これらのガスは液体原料31が処理室11 (気化器21) に近づくに従って液体原料31の圧力が

1に示されているように、気泡53となって液体原料31の液中に出てきてしまう。この気泡53が液体流量制御装置37に流れ込むと、液体流量制御装置37による液体原料31の流量制御が気泡53の含有量によって影響されるため、その気泡53の発生量によって液体原料31の気化器21への供給量が変動してしまうことになる。

【0021】しかし、本実施の形態においては、液体原料供給配管35は液体原料31の取入口36が最も高い位置に設定されているため、液体原料供給配管35の内10部において発生した比重が液体よりも遙に小さい気泡53は液体原料供給配管35に充満した液体原料31の液中を上昇することにより、取入口36からタンク32の上方空間32aへ放出されることになる。したがって、気泡53が液体流量制御装置37に流れ込むのを防止することができるため、液体流量制御装置37による液体原料31の流量制御が気泡53の発生量によって影響されることはなく、液体流量制御装置37は予め設定された流量の液体原料31を気化器21に供給することができる。20

【0022】以上のようにして液体流量制御装置37によって予め設定された流量に適正に制御された液体原料31であるPETaは、気化器21に供給されて噴霧され微粒子化するとともに、気化器21に内蔵されたカートリッジヒータによって加熱されることにより効果的に気化して、原料ガスになる。一方、気化器21にはキャリアガスとして、例えば、N. (窒素)ガス等の不活性ガスがキャリアガス供給源23からキャリアガス供給配管24を通じて導入される。

【0023】図1に示されているように、気化器21に 30 おいてPETaが気化して構成された原料ガス51はキ ャリアガス52と混合し、気化器21から原料ガス供給 配管20を流通して、処理室11に吹出ヘッド22から シャワー状に吹き出す。処理室11に吹き出したPET aの気化ガスである原料ガス51は充分に気化している ため、ウエハ1の上でTa, O, となってサセプタ16 に保持されて加熱されたウエハ1の上に熱CVD反応に よって堆積する。この堆積により、ウエハ1の表面には Ta、O、膜が形成される。なお、Ta、O、膜の形成 処理条件は次の通りである。成膜温度は352~520 ℃、圧力は15~300Pa、キャリアガスの流量は 0.1~1SLM(スタンダード・リットル・毎分)、 圧送ガス圧力は0.05~0.3MPa、原料ガスの流 量は0.01~0.5ccm(立方センチメートル毎 分)。

【0024】Ta、O、膜の形成処理について予め設定された時間が経過すると、気化器21の液体原料供給配管35の液体流量制御装置37の開閉弁およびキャリアガス供給配管24の可変流量制御弁25が閉じられることにより、液体原料31としてのPETaおよびキャリ

アガス52の供給が停止される。

【0025】以上のようにしてTa、〇,膜を形成されたウェハ1はハンドリング装置によって処理室11から搬出される。以降、前述した作業が繰り返されることにより、ウェハ1にTa、〇,膜が形成処理されて行く。【0026】前記実施の形態によれば、次の効果が得られる。

【0027】1) 液体原料供給配管の液体原料の取入口を最も高い位置に設定することにより、液体原料供給配管の内部において発生した気泡(ガス)を取入口からタンクの上方空間へ放出させることができるため、気泡が液体流量制御装置に流れ込むのを防止することができる。

【0028】2) 液体原料供給配管の液体原料中に発生した気泡が液体流量制御装置に流れ込むのを防止することにより、液体流量制御装置による液体原料の流量制御が気泡の発生量によって影響されるのを防止することができるため、液体流量制御装置は予め設定された流量の液体原料を気化器に適正に供給することができる。

20 【0029】3) 予め設定された流量の液体原料を気化器に適正に供給することにより、気化器は予め設定された量の原料ガスを処理室に供給することができるため、MOCVD装置において膜厚の再現性の良好な成膜を確保することができる。

【0030】図2は本発明の第二の実施の形態であるMOCVD装置を示す模式図である。

【0031】本実施の形態が前記実施の形態と異なる点は、タンク32Aは任意の高さに配置されており、液体原料供給配管35Aの一端がタンク32Aの天井壁に挿入されて取入口36Aが液体原料31の液中で開口され、かつ、液体原料31の液中において発生した気泡(ガス)を一時的に貯留するバッファ部としてのバッファ管38が液体原料供給配管35Aの途中に接続されている点、である。

【0032】本実施の形態によれば、液体原料31の液 中において発生した気泡53を液体原料供給配管35A の途中に接続されたバッファ管38によって捕集すると とができるため、気泡53が液体流量制御装置37に流 れ込むのを防止することができ、前記実施の形態と同様 の効果を奏することができる。そして、本実施の形態に よれば、タンク32Aを任意の高さに配置することがで きるため、MOCVD装置10のレイアウトの自由度を 髙めることができる。なお、処理室11に近いほど圧力 が低くなり気泡が発生しやすくなることから、バッファ 管38の設置位置はできるだけ処理室11に近い方が好 ましい。すなわち、気化器21の近傍が好ましい。ま た、バッファ管38は複数箇所に設けても構わない。例 えば、タンク32Aと液体流量制御装置37との間の複 数箇所に設けるようにしてもよい。また、バッファ管3 50 8には捕集した気泡を抜くための排出管を設けるように

しても構わない。

【0033】図3は腹厚の再現性向上効果を示すグラフであり、縦軸には膜厚が取られ、横軸にはウェハの処理 枚数が取られている。折れ線Aは従来例の場合を示し、 折れ線Bは本発明の第一の実施の形態の場合を示し、折れ線Cは本発明の第二の実施の形態の場合を示している。

【0034】図3によれば、従来例を示す折れ線Aがきわめて膜厚の再現性が劣るのに対して、第一の実施の形態を示す折れ線Bもよび第二の実施の形態を示す折れ線 10 Cにおいては、膜厚の再現性がきわめて良好に改善されているのが、理解される。

【0035】以上本発明者によってなされた発明を実施の形態に基づき具体的に説明したが、本発明は前記実施の形態に限定されるものではなく、その要旨を逸脱しない範囲で種々に変更が可能であることはいうまでもない。

【0036】例えば、液体原料としては、PETaを使用するに限らず、 $Nb_2O_3$ (五酸化ニオブ)を成膜するためのNb( $OC_2H_3$ )。(ベンタ・エトキシ・ニ 20オブ)、TiOx(チタンオキサイド)を成膜するためのTi( $OC_3H_7$ )。(テトラ・イソプロビル・チタン)、 $ZrO_2$ (二酸化ジルコニウム)を成膜するためのZr( $OC_4H_3$ )。(テトラ・ブトキシ・ジルコニウム)、 $HfO_2$ (二酸化ハウフニウム)を成膜するためのHf( $OC_4H_3$ )。(テトラ・ブトキシ・ハウフニウム)等を使用してもよい。

【0037】また、DRAMの製造方法におけるキャパ ロ、37…液体流量制御装置、38…パッファ管(パシタ形成工程に適用した場合について説明したが、それ ファ部)、41…送出ガス供給源、42…送出ガス、に限定されるものではなく、FRAM(ferro electric 30 3…送出ガス供給配管、44…止め弁、50…酸素ガス 51…原料ガス、52…キャリアガス、53…気 iO,) あるいはイリジウム、ルテニウム、銅等の金属 膜およびそれらの金属酸化膜の成膜技術にも適用するこ

とができる。

【0038】基板処理装置は枚葉式コールドウオール形 CVD装置に構成するに限らず、枚葉式ホットウオール 形CVD装置や枚葉式ウオーム(Warm)ウオール形CV D装置等に構成してもよい。

[0039]

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、 ガスの混入による液体原料の供給量の変動を防止するこ とができるため、処理の品質を安定化することができる。

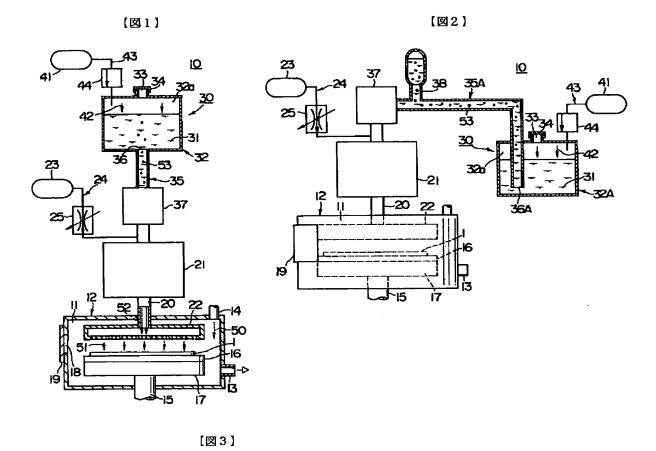
### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第一の実施の形態であるMOCVD装置を示す模式図である。

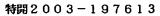
【図2】本発明の第二の実施の形態であるMOCVD装置を示す模式図である。

【図3】膜厚再現性向上効果を示すグラフである。 【符号の説明】

1…ウエハ(基板)、10…MOCVD装置(基板処理装置)、11…処理室、12…筐体、13…排気管、14…酸素ガス供給管、15…支持軸、16…サセブタ、17…ヒータ、18…ウエハ搬入搬出口、19…ゲート、20…原料ガス供給配管、21…気化器、22…吹出ヘッド、23…キャリアガス供給源、24…キャリアガス供給配管、25…可変流量制御弁、30…液体原料供給装置、31…液体原料、32、32A…タンク、32a…上方空間、33…注入口、34…キャップ、35、35A…液体原料供給配管、36、36A…取入口、37…液体流量制御装置、38…バッファ管(バッファ部)、41…送出ガス供給源、42…送出ガス、43…送出ガス供給配管、44…止め弁、50…酸素ガス、51…原料ガス、52…キャリアガス、53…気泡。



ウェハの処理枚数



## フロントページの続き

Fターム(参考) 4K030 AA11 BA17 BA42 CA04 CA12

EA01 EA03

5F045 AA04 AB31 AC07 AD07 AD08

AD09 AE19 AE21 BB01 DC63

DP03 EC08 EE02 EE03 EE04

EF05